



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년12월02일
(11) 등록번호 10-2051178
(24) 등록일자 2019년11월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 25/48 (2006.01) G01N 25/46 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 25/4826 (2013.01)
G01N 25/46 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0136524
(22) 출원일자 2016년10월20일
심사청구일자 2019년02월21일
(65) 공개번호 10-2017-0059387
(43) 공개일자 2017년05월30일
(30) 우선권주장
JP-P-2015-227370 2015년11월20일 일본(JP)
JP-P-2016-173395 2016년09월06일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2015137906 A*
KR101246318 B1*
KR1020110130760 A*
JP2015081784 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
가부시키가이샤 히다치 하이테크 사이언스
일본국 도쿄도 미나토쿠 니시-심바시 1초메 24-14
(72) 발명자
아키야마 히데유키
일본국 도쿄도 미나토쿠 니시-심바시 1초메 24-14
가부시키가이샤 히다치 하이테크 사이언스 내
야마다 겐타로
일본국 도쿄도 미나토쿠 니시-심바시 1초메 24-14
가부시키가이샤 히다치 하이테크 사이언스 내
다케우치 도시타다
일본국 도쿄도 미나토쿠 니시-심바시 1초메 24-14
가부시키가이샤 히다치 하이테크 사이언스 내
(74) 대리인
한양특허법인

전체 청구항 수 : 총 11 항

심사관 : 양성지

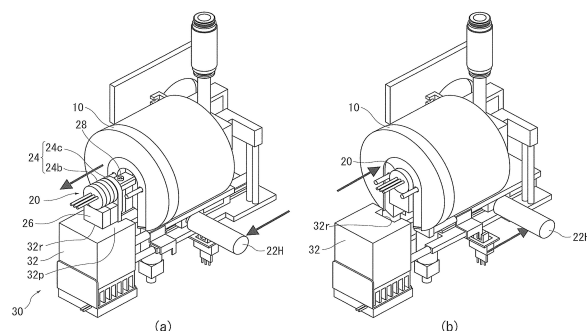
(54) 발명의 명칭 발생 가스 분석 장치 및 발생 가스 분석 방법

(57) 요약

(과제) 냉각 능력이나 장치 전체를 과대하게 하지 않고 시료 홀더를 단시간에 냉각하여, 분석 작업의 효율을 향상시킨 발생 가스 분석 장치를 제공한다.

(해결 수단) 시료 S를 유지하는 시료 홀더(20)와, 시료 홀더를 자신의 내부에 수용하고, 시료를 가열하여 가스 성분(G)을 발생시키는 가열부(10)와, 가열부에서 생성한 가스 성분을 검출하는 검출 수단(110)을 구비한 발생 가스 분석 장치(200)에 있어서, 시료 홀더를 가열부의 안팎의 소정 위치에 이동 가능하게 지지하는 시료 홀더 지지부(204L)와, 가열부의 외측에 배치되며, 가열부의 외측에서 시료를 출납 가능한 배출 위치에 시료 홀더를 이동시켰을 때에, 시료 홀더에 직접 또는 간접적으로 접촉하여 상기 시료 홀더를 냉각하는 냉각부(30)를 더 구비한 것을 특징으로 한다.

대표도



명세서

청구범위

청구항 1

시료를 유지하는 시료 홀더와,

상기 시료 홀더를 자신의 내부에 수용하고, 상기 시료를 가열하여 가스 성분을 발생시키는 가열부와,

상기 가열부에서 생성한 상기 가스 성분을 검출하는 검출 수단을 구비한 발생 가스 분석 장치에 있어서,

상기 시료 홀더를 상기 가열부의 안팎의 소정 위치에 이동 가능하게 지지하는 시료 홀더 지지부와,

상기 가열부의 외측에 배치되며, 상기 가열부의 외측에서 상기 시료를 출납 가능한 배출 위치에 상기 시료 홀더를 이동시켰을 때에, 상기 시료 홀더에 직접 또는 간접적으로 접촉하여 상기 시료 홀더를 냉각하는 냉각부와,

상기 시료 홀더를 이동시키는 시료 홀더 이동부로서, 상기 시료 홀더가 상기 냉각부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 냉각부에 누르는 방향으로 탄성 가압하는 제1 탄성 가압부와, 상기 시료 홀더가 상기 가열부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 가열부에 누르는 방향으로 탄성 가압하는 제2 탄성 가압부를 갖는 시료 홀더 이동부를 구비한 것을 특징으로 하는 발생 가스 분석 장치.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 냉각부는, 상기 시료 홀더에 접촉하는 냉각 블록을 가지는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 3

청구항 2에 있어서,

상기 냉각 블록은, 상기 배출 위치에서 상기 시료 홀더에 접촉하는 접촉부와, 상기 접촉부보다 상기 가열부측으로 연장되어 상기 시료 홀더를 둘러싸는 돌출부를 구비하여 이루어지는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 4

청구항 2 또는 청구항 3에 있어서,

상기 냉각부는, 상기 냉각 블록을 냉각하는 공냉 팬 또는 공냉 핀을 더 가지는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 5

청구항 4에 있어서,

상기 냉각부는, 상기 냉각 블록을 냉각하는 공냉 팬, 공냉 핀 및 팬 덕트를 더 가지고,

상기 공냉 핀은 상기 냉각 블록의 바닥부 및 측면에 접속되며,

상기 공냉 팬은 상기 냉각 블록의 바닥부에 접속된 상기 공냉 핀의 하방에 배치되고,

상기 팬 덕트는, 상기 공냉 팬으로부터 상기 냉각 블록의 측면에 접속된 상기 공냉 핀의 외측을 향해 연장되며, 상기 공냉 팬으로부터의 냉각풍을 상기 공냉 핀으로 유도하는 도풍판(導風板)을 이루는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 6

청구항 2에 있어서,

상기 냉각 블록의 열용량(C1)과, 상기 시료 홀더의 열용량(C2)의 비(C1/C2)가 5~20인, 발생 가스 분석 장치.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 가열부는, 상기 가열부 내를 소정 온도로 가열하는 가열부 히터를 구비하고,
상기 시료 홀더는, 상기 시료를 가열하는 시료측 히터를 구비하여 이루어지는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 8

청구항 1에 있어서,

상기 제1 탄성 가압부는 제1 스프링부로서 구성되고, 상기 제2 탄성 가압부는 제2 스프링부로서 구성되는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 시료 홀더에, 외부로부터 상기 시료를 자동적으로 출납하는 오토샘플러를 더 가지며,

상기 시료 홀더 이동부는, 상기 오토샘플러에 연동하여 상기 시료 홀더를 이동시키는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 10

청구항 1에 있어서,

상기 가열부의 내벽 중, 상기 시료 홀더에 유지된 상기 시료의 주위의 부위가 외측을 향해 확대되는 오목부를 이루며,

상기 오목부는, 상기 가열부의 내부의 상기 가스 성분의 흐름 방향의 상류측의 제1 오목부와, 상기 제1 오목부보다 상기 흐름 방향의 하류측에 위치하며, 상기 내벽에 접하는 제2 오목부를 일체로 가지고,

상기 가열부의 상기 흐름 방향을 따른 단면으로부터 볼 때, 상기 제2 오목부의 윤곽은, 상기 제2 오목부와 상기 내벽의 접점에 있어서의 내벽의 법선보다 상기 흐름 방향의 상류측에 위치하고 있는, 발생 가스 분석 장치.

청구항 11

시료를 유지하는 시료 홀더를 가열부의 안팎의 소정 위치에 이동 가능하게 지지함과 더불어, 상기 가열부의 내부에 상기 시료 홀더를 수용하여 상기 시료를 가열하고, 발생한 가스 성분을 검출하는 발생 가스 분석 방법에 있어서,

상기 가열부의 외측에서 상기 시료를 출납 가능한 배출 위치에 상기 시료 홀더를 이동시켰을 때에, 상기 가열부의 외측에 배치된 냉각부에 상기 시료 홀더를 접촉시켜 상기 시료 홀더를 냉각하며,

상기 시료 홀더가 상기 냉각부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 냉각부에 누르는 방향으로 제1 탄성 가압부에 의해 탄성 가압하고, 상기 시료 홀더가 상기 가열부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 가열부에 누르는 방향으로 제2 탄성 가압부에 의해 탄성 가압하는 것을 특징으로 하는 발생 가스 분석 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 시료를 가열하여 발생한 가스 성분을 분석하여, 시료의 동정(同定)이나 정량 등을 행하는 발생 가스 분석 장치 및 발생 가스 분석 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 수지의 유연성을 확보하기 때문에, 수지 중에는 프탈산에스테르 등의 가소제가 포함되어 있는데, 4종류의 프탈산에스테르에 대해서, 유럽 특정 유해 물질 규제(RoHS)에 의해 2019년 이후의 사용이 제한되게 되었다. 그 때문에, 수지 중의 프탈산에스테르를 동정 및 정량하는 것이 필요하게 되었다.

[0003] 프탈산에스테르는 휘발성 성분이므로, 종래 공지의 발생 가스 분석(EGA Evolved Gas Analysis)를 적용하여 분석할 수 있다. 이 발생 가스 분석은, 시료를 가열하여 발생한 가스 성분을, 가스 크로마토그래프나 질량 분석 등의 각종의 분석 장치로 분석하는 것이다.

[0004] 그런데, 발생 가스 분석에 있어서는, 시료를 시료 스테이지에 올려놓고, 가열노 내에서 시료 스테이지마다 시료를 가열하거나, 또는 시료를 유지 도구에 세트하고 가열노 내에 투입하여 가스 성분을 발생시켜 분석하고 있다. 그리고, 분석 후, 시료 스테이지를 실온 정도까지 자연 냉각하고, 시료를 바꾸고 상온 부근으로부터 가열함으로써 다음의 분석을 개시하는데, 시료 스테이지가 냉각될 때까지의 대기 시간이 길어, 분석 작업 전체의 효율의 저하를 초래한다.

[0005] 그래서, 가열노 내의 도관에 냉매 가스를 흐르게 하여 가열노의 분위기를 냉각하는 기술이나(특허 문헌 1), 가열노가 되는 진공 챔버 내에서 시료 스테이지에 냉각 기구를 접촉시키는 기술(특허 문헌 2)이 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 일본국 특허공개 평11-118778호 공보
(특허문헌 0002) 일본국 특허공개 2002-372483호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 그러나, 특허 문헌 1에 기재된 기술의 경우, 가열노 자체를 냉각해야 하기 때문에, 과대한 냉각 능력이 필요하여, 냉각 기구, 나아가서는 분석 장치 전체가 대형이 된다는 문제가 있다. 또 가열노의 재가열에 여분의 에너지나 시간을 필요로 하게도 된다.

[0008] 또, 특허 문헌 2에 기재된 기술의 경우, 가열노가 되는 진공 챔버 내에 냉각 기구로부터 냉매 등을 도입할 필요가 있기 때문에, 장치 구성이 복잡하고 대형이 된다는 문제가 있다.

[0009] 그래서, 본 발명은 상기의 과제를 해결하기 위해 이루어진 것이며, 냉각 능력이나 장치 전체를 과대하게 하지 않고 시료 홀더를 단시간에 냉각하여, 분석 작업의 효율을 향상시킨 발생 가스 분석 장치 및 발생 가스 분석 방법의 제공을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기의 목적을 달성하기 위해, 본 발명의 발생 가스 분석 장치는, 시료를 유지하는 시료 홀더와, 상기 시료 홀더를 자신의 내부에 수용하고, 상기 시료를 가열하여 가스 성분을 발생시키는 가열부와, 상기 가열부에서 생성한 상기 가스 성분을 검출하는 검출 수단을 구비한 발생 가스 분석 장치에 있어서, 상기 시료 홀더를 상기 가열부의 안팎의 소정 위치에 이동 가능하게 지지하는 시료 홀더 지지부와, 상기 가열부의 외측에 배치되며, 상기 가열부의 외측에서 상기 시료를 출납 가능한 배출 위치에 상기 시료 홀더를 이동시켰을 때에, 상기 시료 홀더에 직접 또는 간접적으로 접촉하여 상기 시료 홀더를 냉각하는 냉각부를 더 구비한 것을 특징으로 한다.

[0011] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 시료 홀더에 냉각부가 접촉하여 시료 홀더를 냉각하므로, 자연 냉각에 비해, 시료 홀더를 신속히 냉각할 수 있어, 분석 작업의 효율을 향상시킬 수 있다. 이것에 의해, 예를 들면 품질관리 등의 다수의 시료의 측정도 가능해진다. 또, 가열부의 외측에서 시료 홀더를 냉각하기 때문에, 가열부 내의 고온 분위기에 냉각부가 노출되지 않으므로, 과대한 냉각 능력이 불필요해져, 냉각부, 나아가서는 장치 전체의 소형화를 도모할 수 있다. 또, 냉각에 의해 가열부 내의 분위기 온도가 저하되지 않기 때문에, 가열부의 재가열에 여분의 에너지나 시간을 필요로 하는 일이 없어진다.

[0012] 또한, 가열부 내에 냉각부를 설치할 필요가 없기 때문에, 이것에 의해서도 가열부, 나아가서는 장치 전체의 소형화를 도모할 수 있다.

[0013] 상기 냉각부는, 상기 시료 홀더에 접촉하는 냉각 블록을 가져도 된다.

[0014] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 냉각 블록을 통하여 시료 홀더의 열을 확실히 빼앗을 수 있어, 시료 홀더를 효율적으로 냉각할 수 있다.

- [0015] 상기 냉각 블록은, 상기 배출 위치에서 상기 시료 홀더에 접촉하는 접촉부와, 상기 접촉부보다 상기 가열부측으로 연장되어 상기 시료 홀더를 둘러싸는 돌출부를 구비하여 이루어져도 된다.
- [0016] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 시료 홀더를 돌출부보다 오목한 접촉부까지 후퇴시켜 가열부의 외측에 충분히 이동시킬 수 있음과 함께, 각 돌출부를 설치하지 않는 경우에 비해, 냉각 블록의 용적(열용량)이 증가하므로, 냉각 능력이 향상된다.
- [0017] 또, 각 돌출부를 설치하지 않고 냉각 블록의 용적을 동일하게 하기 위해서는, 냉각 블록을 가열부의 더 외측으로 이동시킬 필요가 있어, 장치 전체의 치수가 커져 버린다. 그래서, 돌출부를 설치함으로써, 장치 전체의 새로운 소형화를 도모할 수 있다.
- [0018] 상기 냉각부는, 상기 냉각 블록을 냉각하는 공냉 팬 또는 공냉 핀을 더 가져도 된다.
- [0019] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 냉각부를 수냉하거나, 냉각부에 냉매 가스를 통과시키는 배관을 부착하는 경우에 비해, 냉각부의 구조가 간편하게 되어, 장치 전체의 코스트 다운이나 소형화를 도모할 수 있다.
- [0020] 상기 냉각부는, 상기 냉각 블록을 냉각하는 공냉 팬, 공냉 핀 및 팬 덕트를 더 가지고, 상기 공냉 핀은 상기 냉각 블록의 바닥부 및 측면에 접촉되며, 상기 공냉 팬은 상기 냉각 블록의 바닥부에 접촉된 상기 공냉 핀의 하방에 배치되고, 상기 팬 덕트는, 상기 공냉 팬으로부터 상기 냉각 블록의 측면에 접촉된 상기 공냉 핀의 외측을 향해 연장되며, 상기 공냉 팬으로부터의 냉각풍을 상기 공냉 핀으로 유도하는 도풍판(導風板)을 이루어도 된다.
- [0021] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 냉각 블록이 바닥부와 측면의 각 공냉 핀에 의해 확실히 냉각됨과 함께, 팬 덕트가 공냉 팬으로부터의 냉각풍을 공냉 핀으로 유도하는 도풍판을 이루므로, 냉각 블록이 보다 한층 냉각된다.
- [0022] 상기 냉각 블록의 열용량(C1)과, 상기 시료 홀더의 열용량(C2)의 비(C1/C2)가 5~20이어도 된다.
- [0023] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 장치 전체의 소형화와, 냉각 능력의 향상을 모두 실현할 수 있다.
- [0024] 상기 가열부는, 상기 가열부 내를 소정 온도로 가열하는 가열부 히터를 구비하고, 상기 시료 홀더는, 상기 시료를 가열하는 시료측 히터를 구비해도 된다.
- [0025] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 가열부 히터가 가열부 내의 분위기 전체를 소정 온도로 가열(보온)하므로, 내부의 시료의 온도가 변동하는 것을 방지한다. 또, 시료의 근방에 배치된 시료측 히터가, 시료를 국소적으로 가열하여 시료 온도를 신속히 상승시킬 수 있다.
- [0026] 상기 시료 홀더에, 외부로부터 상기 시료를 자동적으로 출납하는 오토샘플러와, 상기 오토샘플러에 연동하여 상기 시료 홀더를 이동시키는 시료 홀더 이동부를 더 가지고, 상기 시료 홀더 이동부는, 상기 시료 홀더가 상기 냉각부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 냉각부에 누르는 방향으로 탄성 가압하는 제1 스프링부와, 상기 시료 홀더가 상기 가열부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 가열부에 누르는 방향으로 탄성 가압하는 제2 스프링부를 가져도 된다.
- [0027] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 시료 홀더가 냉각부에 접촉했을 때에 제1 스프링부가 압축되고, 그 반발력으로 시료 홀더를 냉각부에 누르는 방향으로 탄성 가압한다. 제1 스프링부가 없으면, 시료 홀더가 배출 위치에 근접하여 시료 홀더를 냉각부에 접촉시킬 때, 중점 위치를 엄밀하게 시료 홀더와 냉각부의 접촉 위치에 맞추어 넣을 필요가 있어, 시료 홀더를 냉각부에 확실히 밀착시키는 것이 곤란한 경우가 있다.
- [0028] 그래서, 제1 스프링부를 설치하고, 중점 위치를 시료 홀더와 냉각부의 접촉 위치보다 더 냉각부로 들어가는 측에 설정함으로써, 시료 홀더를 냉각부에 확실히 접촉시킬 수 있다.
- [0029] 제2 스프링부도 마찬가지로, 시료 홀더가 가열부에 접촉했을 때에 압축되고, 그 반발력으로 시료 홀더를 가열부에 누르는 방향으로 탄성 가압한다. 이것에 의해, 중점 위치를 시료 홀더와 가열부의 접촉 위치보다 더 가열부로 들어가는 측에 설정함으로써 시료 홀더를 측정 위치에 확실히 배치할 수 있다.
- [0030] 또, 오토샘플러에 의해, 시료 홀더에 외부로부터 시료를 자동적으로 출납할 수 있다.
- [0031] 상기 가열부의 내벽 중, 상기 시료 홀더에 유지된 상기 시료의 주위의 부위가 외측을 향해 확대되는 오목부를 이루며, 상기 오목부는, 상기 가열부의 내부의 상기 가스 성분의 흐름 방향의 상류측의 제1 오목부와, 상기 제1 오목부보다 상기 흐름 방향의 하류측에 위치하며, 상기 내벽에 접하는 제2 오목부를 일체로 가지고, 상기 가열

부의 상기 흐름 방향을 따른 단면으로부터 볼 때, 상기 제2 오목부의 윤곽은, 상기 제2 오목부와 상기 내벽의 접점에 있어서의 내벽의 법선보다 상기 흐름 방향의 상류측에 위치해도 된다.

[0032] 이 발생 가스 분석 장치에 의하면, 제2 오목부의 윤곽(선)이 흐름 방향의 하류측을 향해 비스듬하게 되고, 가스 성분이 제2 오목부를 따라 흐름 방향의 하류측(즉, 검출 수단측)으로 흐르기 쉬워진다. 또한, 제2 오목부의 윤곽(선)은, 직선뿐만이 아니라, 곡선이어도 된다.

[0033] 본 발명의 발생 가스 분석 방법은, 시료를 유지하는 시료 홀더를 가열부의 안팎의 소정 위치에 이동 가능하게 지지함과 함께, 상기 가열부의 내부에 상기 시료 홀더를 수용하여 상기 시료를 가열하고, 발생한 가스 성분을 검출하는 발생 가스 분석 방법에 있어서, 상기 가열부의 외측에서 상기 시료를 출납 가능한 배출 위치에 상기 시료 홀더를 이동시켰을 때에, 상기 가열부의 외측에 배치된 냉각부에 상기 시료 홀더를 접촉시켜 그 시료 홀더를 냉각하며, 상기 시료 홀더가 상기 냉각부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 냉각부에 누르는 방향으로 제1 탄성 가압부에 의해 탄성 가압하고, 상기 시료 홀더가 상기 가열부에 접촉했을 때에 상기 시료 홀더를 상기 가열부에 누르는 방향으로 제2 탄성 가압부에 의해 탄성 가압하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0034] 본 발명에 의하면, 냉각 능력이나 장치 전체를 과대하게 하지 않고 시료 홀더를 단시간에 냉각하여, 분석 작업의 효율을 향상시킨 발생 가스 분석 장치를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0035] 도 1은 본 발명의 실시 형태에 관련된 발생 가스 분석 장치의 구성을 나타내는 사시도이다.

도 2는 가스 발생부의 구성을 나타내는 사시도이다.

도 3은 가스 발생부의 구성을 나타내는 종단면도이다.

도 4는 가스 발생부의 구성을 나타내는 횡단면도이다.

도 5는 발생 가스 분석 장치에 의한 가스 성분의 분석 동작을 나타내는 블록도이다.

도 6은 시료 홀더의 배출 위치와 측정 위치를 나타내는 도이다.

도 7은 가열부의 가열 패턴과, 시료 홀더 및 냉각부의 온도 변화의 일례를 나타내는 도이다.

도 8은 본 발명의 실시 형태에 관련된 발생 가스 분석 방법을 행하는 처리 플로우를 나타내는 도이다.

도 9은 가열실의 내면의 오목부를 나타내는 부분 종단면도이다.

도 10은 본 발명의 다른 실시 형태에 관련된 가스 발생부의 구성을 나타내는 사시도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0036] 이하, 본 발명의 실시 형태에 대해서, 도면을 참조하여 설명한다. 도 1은 본 발명의 실시 형태에 관련된 발생 가스 분석 장치(200)의 구성을 나타내는 사시도이며, 도 2는 가스 발생부(100)의 구성을 나타내는 사시도, 도 3은 가스 발생부(100)의 구성을 나타내는 축심(0)을 따르는 종단면도, 도 4는 가스 발생부(100)의 구성을 나타내는 축심(0)을 따르는 횡단면도이다.

[0037] 발생 가스 분석 장치(200)는, 하우징이 되는 본체부(202)와, 본체부(202)의 정면에 부착된 상자형의 가스 발생부 부착부(204)와, 전체를 제어하는 컴퓨터(제어부)(210)를 구비한다. 컴퓨터(210)는, 데이터 처리를 행하는 CPU와, 컴퓨터 프로그램이나 데이터를 기억하는 기억부와, 모니터와, 키보드 등의 입력부 등을 가진다.

[0038] 가스 발생부 부착부(204)의 내부에는, 원통 형상의 가열노(가열부)(10)와, 시료 홀더(20)와, 냉각부(30)와, 가스를 분기시키는 스플리터(40)와, 이온원(50)이 어셈블리로서 하나가 된 가스 발생부(100)가 수용되어 있다. 또, 본체부(202)의 내부에는, 시료를 가열하여 발생한 가스 성분을 분석하는 질량 분석계(검출 수단)(110)가 수용되어 있다.

[0039] 또한, 가스 발생부 부착부(204)의 상면으로부터 전면을 향해 개구(204h)가 설치되며, 시료 홀더(20)를 가열노(10) 외측의 배출 위치(후술)로 이동시키면 개구(204h)에 위치하므로, 개구(204h)로부터 시료 홀더(20)에 시료를 출납 가능하게 되어 있다. 또, 가스 발생부 부착부(204)의 전면에는, 슬릿(204s)이 설치되며, 슬릿(204s)으

로부터 외부에 노출되는 개폐 핸들(22H)을 좌우로 움직임으로써, 시료 홀더(20)를 가열노(10)의 안팎으로 이동시켜 상술한 배출 위치에 세트하고, 시료를 출납하게 되어 있다.

[0040] 또한, 예를 들면 도 10에 나타내는 바와 같이, 컴퓨터(210)(도 5 참조)로 시료 홀더(20)의 이동을 제어함으로써, 이동 레일(204L)(후술) 상에서 시료 홀더(20)를 이동시키면, 시료 홀더(20)를 가열노(10)의 안팎으로 이동시키는 기능을 자동화할 수 있다.

[0041] 다음에, 도 2~도 5를 참조하여, 가스 발생부(100)의 각 부분의 구성에 대해서 설명한다.

[0042] 우선, 가열노(10)는, 가스 발생부 부착부(204)의 부착판(204a)에 축심(0)을 수평으로 하여 부착되며, 축심(0)을 중심으로 개구하는 대략 원통 형상을 이루는 가열실(12)과, 가열 블록(14)과, 보온 재킷(16)을 가진다.

[0043] 가열실(12)의 외주에 가열 블록(14)이 배치되고, 가열 블록(14)의 외주에 보온 재킷(16)이 배치되어 있다. 가열 블록(14)은 알루미늄으로 이루어지며, 축심(0)을 따라 가열노(10)의 외부로 연장되는 한 쌍의 가열부 히터(14a)(도 4 참조)에 의해 통전 가열된다. 가열부 히터(14a)는, 가열 블록(14), 나아가서는 가열 블록(14)으로 둘러싸이는 가열실(12)의 분위기를 소정 온도가 되도록 가열(보온)한다.

[0044] 또한, 부착판(204a)은, 축심(0)에 수직인 방향으로 연장되어 있으며, 스플리터(40) 및 이온원(50)은, 가열노(10)에 부착되어 있다. 또한, 이온원(50)은, 가스 발생부 부착부(204)의 상하로 연장되는 지주(204b)에 지지되어 있다.

[0045] 가열노(10) 중 개구측과 반대측(도 3의 우측)에는 스플리터(40)가 접속되어 있다. 또, 가열노(10)의 하측에는 캐리어 가스 유로를 보호 및 보온하는 보호관(18)이 접속되고, 캐리어 가스 보호관(18)의 내부에는, 가열실(12)의 하면에 연통되어 캐리어 가스(C)를 가열실(12)에 도입하는 캐리어 가스 유로(18f)가 수용되어 있다.

[0046] 그리고, 상세하게는 후술하지만, 가열실(12) 중 개구측과 반대측(도 3의 우측)의 단면에 가스 유로(41)가 연통되어, 가열노(10)(가열실(12))에서 생성한 가스 성분(G)과, 캐리어 가스(C)의 혼합 가스(M)가 가스 유로(41)를 흐르게 되어 있다.

[0047] 시료 홀더(20)는, 가스 발생부 부착부(204)의 내부 상면에 부착된 이동 레일(204L) 상을 이동하는 스테이지(22)와, 스테이지(22) 상에 부착되며 상하로 연장되는 브래킷(24c)과, 브래킷(24c)의 전면(도 3의 좌측)에 부착된 단열재(24b, 26)와, 브래킷(24c)으로부터 가열실(12)측에 축심(0)방향으로 연장되는 시료 유지부(24a)와, 시료 유지부(24a)의 바로 아래에 매설되는 시료측 히터(27)와, 시료측 히터(27)의 바로 윗쪽에서 시료 유지부(24a)의 상면에 배치되어 시료를 수용하는 시료 접시(28)를 가진다.

[0048] 여기서, 이동 레일(204L)은 축심(0)방향(도 3의 좌우 방향)으로 연장되며, 시료 홀더(20)는 스테이지(22)마다, 축심(0)방향으로 진퇴하게 되어 있다. 또, 개폐 핸들(22H)은, 축심(0)방향에 수직인 방향으로 연장되면서 스테이지(22)에 부착되어 있다.

[0049] 이동 레일(204L)이 특허 청구의 범위의 「시료 홀더 지지부」에 상당한다.

[0050] 또한, 브래킷(24c)은 상부가 반원형을 이루는 긴 직사각형 형상을 이루고, 단열재(24b)는 대략 원통 형상을 이루어 브래킷(24c) 상부의 전면에 장착되며(도 6 참조), 단열재(24b)를 관통하여 시료측 히터(27)의 전극(27a)이 외부에 취출되어 있다. 단열재(26)는 대략 직사각형 상태를 이루고, 단열재(24b)보다 하방이며 브래킷(24c)의 전면에 장착된다. 또, 브래킷(24c)의 하방에는 단열재(26)가 장착되지 않고 브래킷(24c)의 전면이 노출되어, 접촉면(24f)을 형성하고 있다.

[0051] 브래킷(24c)은 가열실(12)보다 약간 대경을 이루어 가열실(12)을 기밀하게 폐색하고, 시료 유지부(24a)가 가열실(12)의 내부에 수용된다.

[0052] 그리고, 가열실(12)의 내부의 시료 접시(28)에 재치된 시료가 가열노(10) 내에서 가열되어, 가스 성분(G)이 생성된다.

[0053] 냉각부(30)는, 시료 홀더(20)의 브래킷(24c)에 대향하는 바와 같이 하여 가열노(10)의 외측(도 3의 가열노(10)의 좌측)에 배치되어 있다. 냉각부(30)는, 대략 직사각형이며 오목부(32r)를 가지는 냉각 블록(32)과, 냉각 블록(32)의 하면에 접속되는 공냉 핀(34)과, 공냉 핀(34)의 하면에 접속되어, 공냉 핀(34)에 공기를 맞게 하는 공냉 팬(36)을 구비한다.

[0054] 그리고, 상세하게는 후술하지만, 시료 홀더(20)가 이동 레일(204L) 상을 축심(0)방향으로 도 3의 좌측으로 이동

하여 가열노(10)의 밖에 배출되면, 브래킷(24c)의 접촉면(24f)이 냉각 블록(32)의 오목부(32r)에 수용되면서 접촉되어, 냉각 블록(32)을 통하여 브래킷(24c)의 열이 빼앗겨져, 시료 홀더(20)(특히 시료 유지부(24a))를 냉각하게 되어 있다.

[0055] 또한, 본 실시 형태에서는, 시료 홀더(20)(브래킷(24c)을 포함한다) 및 냉각 블록(32)은 모두 알루미늄으로 이루어진다.

[0056] 도 3, 도 4에 나타내는 바와 같이, 스플리터(40)는, 가열실(12)과 연통되는 상술한 가스 유로(41)와, 가스 유로(41)에 연통되면서 외부에 개방된 분기로(42)와, 분기로(42)의 출측에 접속되어 분기로(42)로부터의 혼합 가스(M)의 외부로의 배출 유량을 조정하는 매스 플로우 콘트롤러(배출 유량 조정 기구)(42a)와, 자신의 내부에 가스 유로(41)가 개구되는 하우징부(43)와, 하우징부(43)를 둘러싸는 보온부(44)를 구비하고 있다.

[0057] 도 4에 나타내는 바와 같이, 상면으로부터 보았을 때, 가스 유로(41)는, 가열실(12)과 연통되어 축심(0)방향으로 연장된 후, 축심(0)방향에 수직으로 구부러지고, 축심(0)방향으로 더 구부러져 종단부(41e)에 이르는 크랭크 형상을 이루고 있다. 또, 가스 유로(41) 중 축심(0)방향에 수직으로 연장되는 부위의 중앙 부근은 확정되어 분기실(41M)을 형성하고 있다. 분기실(41M)은 하우징부(43)의 상면까지 연장되며, 분기실(41M)보다 약간 소경의 분기로(42)가 끼워 맞춰져 있다.

[0058] 가스 유로(41)는, 가열실(12)과 연통되어 축심(0)방향으로 연장되어 종단부(41e)에 이르는 직선 형상이어도 되고, 가열실(12)이나 이온원(50)의 위치 관계에 따라, 다양한 곡선이나 축심(0)과 각도를 가지는 선 형상 등이어도 된다.

[0059] 또한, 본 실시 형태에서는, 가스 유로(41)는 일례로서 직경 약 2mm, 분기실(41M) 및 분기로(42)는 직경 약 1.5mm로 되어 있다. 그리고, 가스 유로(41)를 종단부(41e)까지 흐르는 유량과, 분기로(42)에 분기되는 유량의 비(스플리트비)는 각 유로 저항으로 정해져 있으며, 분기로(42)에 보다 많은 혼합 가스(M)를 유출 가능하게 되어 있다. 그리고, 이 스플리트비는 매스 플로우 콘트롤러(42a)의 개도를 조정함으로써 제어할 수 있다.

[0060] 도 3, 도 4에 나타내는 바와 같이, 이온원(50)은, 하우징부(53)와, 하우징부(53)를 둘러싸는 보온부(54)와, 방전침(56)과, 방전침(56)을 유지하는 스테이(55)를 가진다. 하우징부(53)는 판 형상을 이루고, 상기 판면이 축심(0)방향을 따름과 함께, 중앙에 소구멍(53C)이 관통하고 있다. 그리고, 가스 유로(41)의 종단부(41e)가 하우징부(53)의 내부를 지나 소구멍(53C)의 측벽에 면하고 있다. 한편, 방전침(56)은 축심(0)방향에 수직으로 연장되어 소구멍(53C)에 면하고 있다.

[0061] 그리고, 종단부(41e)로부터 소구멍(53C) 부근에 도입된 혼합 가스(M) 중, 가스 성분(G)이 방전침(56)에 의해 이온화된다.

[0062] 이온원(50)은 공지의 장치이며, 본 실시 형태에서는, 대기압 화학 이온화(APCI) 타입을 채용하고 있다. APCI는 가스 성분(G)의 프래그먼트를 일으키기 어려워, 프래그먼트 피크가 생기지 않기 때문에, 크로마토그래프 등으로 분리하지 않고도 측정 대상을 검출할 수 있으므로 바람직하다.

[0063] 이온원(50)으로 이온화된 가스 성분(G)은, 캐리어 가스(C)와 함께 질량 분석계(110)에 도입되어 분석된다.

[0064] 또한, 이온원(50)은, 보온부(54)의 내부에 수용되어 있다.

[0065] 또한, 도 4에 나타내는 바와 같이, 가열실(12)의 내면(가열 블록(14)의 내벽) 중, 시료 접시(28)의 주위의 부위가 외측을 향해 확대되는 오목부(14r)로 되어 있다. 이것에 의해, 시료와, 가열실(12) 내면의 공간이 좁아져 가스 성분(G)의 흐름이 정제되는 것을 억제할 수 있다.

[0066] 도 9는, 오목부(14r)를 나타내는 도 3의 부분 종단면도이며, 도 3 중 가열 블록(14)의 상부의 일부를 도시하고 있다. 도 9에 나타내는 바와 같이, 오목부(14r)는, 가스 성분(G)의 흐름 방향(F)의 상류측의 제1 오목부(14r1)와, 제1 오목부(14r1)보다 흐름 방향(F)의 하류측에 위치하며 가열실(12)의 내면(가열 블록(14)의 내벽)(14s)에 접하는 제2 오목부(14r2)를 일체로 가지고 있다. 또, 제1 오목부(14r1)는, 내벽(14s)으로부터 수직으로 패인 후, 내벽(14s)과 평행한 바닥면을 구성하며, 제2 오목부(14r2)에 연결되어 있다.

[0067] 여기서, 도 9의 단면(즉, 흐름 방향(F)을 따른 단면)에서 볼 때, 제2 오목부(14r2)의 윤곽(선)은, 제2 오목부(14r2)와 내벽(14s)의 접점(P)에 있어서의 내벽(14s)의 법선(N)보다 흐름 방향(F)의 상류측에 위치하고 있다. 이것에 의해, 제2 오목부(14r2)의 윤곽(선)이 흐름 방향(F)의 하류측을 향해 비스듬하게 되어, 가스 성분(G)이 제2 오목부(14r2)를 따라 흐름 방향(F)의 하류측(즉, 검출 수단(질량 분석계)(110)측)으로 흐르기 쉬워진다.

또한, 제2 오목부(14r2)의 윤곽(선)은, 도 9에 나타내는 직선뿐만이 아니라, 곡선이어도 된다.

[0068] 또한, 흐름 방향(F)이란, 점점(P)으로부터 검출 수단(질량 분석계)(110)으로 향하는 방향이다.

[0069] 도 5는, 발생 가스 분석 장치(200)에 의한 가스 성분의 분석 동작을 나타내는 블록도이다.

[0070] 시료 S는 가열노(10)의 가열실(12) 내에서 가열되어, 가스 성분(G)이 생성된다. 가열노(10)의 가열 상태(승온 속도, 최고 도달 온도 등)는, 컴퓨터(210)의 가열 제어부(212)에 의해 제어된다.

[0071] 가스 성분(G)은, 가열실(12)에 도입된 캐리어 가스(C)와 혼합되어 혼합 가스(M)가 되고, 스플리터(40)에 도입된다. 컴퓨터(210)의 검출 신호 판정부(214)는, 질량 분석계(110)의 검출기(118)(후술)로부터 검출 신호를 수신한다.

[0072] 유량 제어부(216)는, 검출 신호 판정부(214)로부터 수신한 검출 신호의 피크 강도가 역치의 범위 밖인지 아닌지를 판정한다. 그리고, 범위 밖인 경우, 유량 제어부(216)는, 매스 플로우 컨트롤러(42a)의 개도를 제어함으로써, 스플리터(40) 내에서 분기로(42)로부터 외부로 배출되는 혼합 가스(M)의 유량, 나아가서는 가스 유로(41)로부터 이온원(50)으로 도입되는 혼합 가스(M)의 유량을 조정하여, 질량 분석계(110)의 검출 정밀도를 최적으로 유지한다.

[0073] 질량 분석계(110)는, 이온원(50)으로 이온화된 가스 성분(G)을 도입하는 제1 미세구멍(111)과, 제1 미세구멍(111)에 이어서 가스 성분(G)이 순서대로 흐르는 제2 미세구멍(112), 이온 가이드(114), 사중극 매스 필터(116)와, 사중극 매스 필터(116)로부터 나온 가스 성분(G)을 검출하는 검출기(118)를 구비한다.

[0074] 사중극 매스 필터(116)는, 인가하는 고주파 전압을 변화시킴으로써, 질량 주사 가능하며, 사중극 전기장을 생성하고, 이 전기장 내에서 이온을 진동 운동시킴으로써 이온을 검출한다. 사중극 매스 필터(116)는, 특정의 질량 범위에 있는 가스 성분(G) 만을 투과시키는 질량 분리기를 이루므로, 검출기(118)로 가스 성분(G)의 동정 및 정량을 행할 수 있다.

[0075] 또한, 측정 대상의 가스 성분이 가지는 특정의 질량 전하비(m/z)의 이온만을 검출하는 선택 이온 검출(SIM) 모드를 이용하면, 어느 범위의 질량 전하비의 이온을 검출하는 전이온 검출(스캔) 모드에 비해, 측정 대상의 가스 성분의 검출 정밀도가 향상되므로 바람직하다.

[0076] 다음에, 도 6을 참조하여, 본 발명의 특징 부분인 시료 홀더(20)의 냉각에 대해서 설명한다. 본 발명에 있어서는, 시료 홀더(20)가 스테이지(22)를 통하여 중심(O)방향의 소정의 2개의 위치(도 6(a)에 나타내는 가열노(10)의 외측에 배출되고 시료 접시(28)가 가열노(10) 밖에 노출되는 배출 위치와, 도 6(b)에 나타내는 가열노(10) 내에 수용되어 측정을 행하는 측정 위치) 사이를 이동한다.

[0077] 우선, 도 6(a)에 나타내는 배출 위치에서, 시료 접시(28)와 함께 시료를 출납할 때에, 시료 접시(28)와 시료를 바꾸고 상온 부근으로부터 가열함으로써 다음의 분석을 개시한다. 이 때, 시료 홀더(20)가 뜨거우면, 시료 접시(28)를 설치했을 때에, 분석을 개시하기 전부터 시료가 가열되어 버린다. 그래서, 이것을 방지하기 위해, 시료 홀더(20)를 냉각시키지만, 시료 홀더(20)를 자연 냉각하는 것만으로는, 냉각될 때까지의 대기 시간이 길어진다.

[0078] 그래서, 도 6(a)에 나타내는 바와 같이, 배출 위치에 시료 홀더(20)를 이동시켰을 때에, 브래킷(24c)의 접촉면(24f)이, 냉각 블록(32)의 오목부(접촉부)(32r)에 접촉함으로써, 냉각 블록(32)을 통하여 브래킷(24c)의 열이 빼앗겨져, 시료 홀더(20)를 냉각한다.

[0079] 이것에 의해, 자연 냉각에 비해, 시료 홀더(20)를 신속히 냉각할 수 있어, 분석 작업의 효율을 향상시킬 수 있다. 또, 가열노(10)의 외측에서 시료 홀더(20)를 냉각하기 때문에, 가열노(10) 내의 고온 분위기에 냉각부(30)가 노출되지 않으므로, 과대한 냉각 능력이 불필요해져, 냉각부(30), 나아가서는 장치 전체의 소형화를 도모할 수 있다. 또, 냉각에 의해 가열 블록(14)의 온도가 저하되지 않기 때문에, 가열노(10)의 재가열에 여분의 에너지나 시간을 필요로 하는 일이 없어진다.

[0080] 또한, 가열노(10) 내에 냉각부(30)를 설치할 필요가 없기 때문에, 이것에 의해서도 가열노(10), 나아가서는 장치 전체의 소형화를 도모할 수 있다.

[0081] 도 7은, 가열 제어부(212)에 의해 제어되는, 가열노(10)의 가열 패턴과, 시료 홀더(20) 및 냉각 블록(32)의 온도 변화의 일례를 나타낸다. 여기서, 가열노(10)의 유지 온도(최고 도달 온도)를 300℃로 하고, 시료의 가열 개시 온도를 50℃ 이하로 한다.

- [0082] 우선, 시간 0(시료 홀더(20)가 도 6(a)에 나타내는 배출 위치 P로 이동했을 때)에서, 50℃가 되어 있는 시료 홀더(20)의 시료 접시(28)에 시료를 세트한다. 이 때, 냉각 블록(32)은 미리 실온 정도로 공냉되어 있는데, 시료 홀더(20)에 접촉함으로써 50℃ 부근까지 상승하고, 한편으로 시료 홀더(20)가 50℃ 부근으로 냉각된다. 또, 가열노(10) 내의 온도는, 가열부 히터(14a)에 의해 300℃가 되도록 제어되어 있다.
- [0083] 다음에, 50℃ 부근으로 냉각된 시료 홀더(20)가 도 6(a)에 나타내는 측정 위치로 이동하여, 가열실(12) 내에 수용되면, 300℃로 제어된 가열노(10)로부터의 가열과, 시료 유지부(24a)의 바로 아래에 매설된 시료측 히터(27)로부터의 가열에 의해, 시료 홀더(20)가 300℃가 되고, 발생한 가스 성분이 분석된다. 분석하는 동안, 냉각 블록(32)이 후술하는 공냉 팬(36) 등에 의해 50℃ 미만(실온 부근)으로 냉각된다.
- [0084] 분석이 종료되면, 시료 홀더(20)가 다시 배출 위치 P로 이동하여, 상술한 열사이클을 반복한다.
- [0085] 여기서, 가열노(10)의 외측에 냉각부(30)가 배치되어 있으므로, 시료 홀더(20)를 냉각하여 가열된 냉각부(30)를, 분석하는 동안에 천천히 냉각하면 된다. 특히, 도 7에 나타내는 바와 같이, 일반적으로, 분석 시간쪽이 냉각 시간보다 길다. 그 때문에, 냉각부(30)를 수냉 등으로 급냉할 필요가 없고, 공냉 핀(34)에 의한 자연 방랭, 또는 공냉 팬(36)에 의한 강제 공냉을 행하면 충분하며, 후술하는 바와 같이 수냉 등의 경우에 비해, 냉각부(30)의 구조가 간편하게 되어, 장치 전체의 코스트 다운이나 소형화를 도모할 수 있다.
- [0086] 또한, 도 6(a)에 나타내는 바와 같이, 냉각 블록(32)을 위에서 보았을 때, 오목부(접촉부)(32r)의 양단으로부터 한 쌍의 돌출부(32p)가 그자 형상으로 가열노(10)측에 오버행되어 연장되며, 각 돌출부(32p)가 시료 홀더(20)를 둘러싸고 있다. 이와 같이 하면, 시료 홀더(20)를 오목부(32r)까지 후퇴시켜 가열노(10)의 외측에 충분히 이동시킬 수 있음과 함께, 각 돌출부(32p)를 설치하지 않는 경우에 비해, 냉각 블록(32)의 용적(열용량)이 증가하므로, 냉각 능력이 향상된다.
- [0087] 또, 각 돌출부(32p)를 설치하지 않고 냉각 블록(32)의 용적을 동일하게 하기 위해서는, 냉각 블록(32)을 가열노(10)의 더 외측(도 6(a)의 좌측)으로 이동시킬 필요가 있어, 장치 전체의 치수가 커져 버린다. 그래서, 돌출부(32p)를 설치함으로써, 장치 전체의 소형화를 한층 더 도모할 수 있다.
- [0088] 또, 냉각 블록(32)의 열용량(C1)과, 시료 홀더(20)의 열용량(C2)의 비(C1/C2)가 5~20이면, 장치 전체의 소형화와, 냉각 능력의 향상을 모두 실현할 수 있다. 상기 비가 5 미만이면, 냉각 블록(32)의 열용량(C1)이 작아져 냉각 능력이 저하되는 경우가 있다. 냉각 능력이 부족하여 가열 개시 온도까지 충분히 냉각할 수 없는 경우가 있다. 상기 비가 20을 넘으면, 냉각 블록(32)이 너무 커져서, 장치 전체가 커지는 경우가 있다.
- [0089] 또, 냉각부(30)가, 냉각 블록(32)을 냉각하는 공냉 팬(36) 또는 공냉 핀(34)을 가지면 바람직하다. 이와 같이 하면, 냉각부(30)를 수냉하거나, 냉각부(30)에 냉매 가스를 통과시키는 배관을 부착하는 경우에 비해, 냉각부(30)의 구조가 간편하게 되어, 장치 전체의 코스트 다운이나 소형화를 도모할 수 있다.
- [0090] 냉각 블록(32)에 공냉 핀(34)을 부착한, 이른바 히트 싱크의 경우, 공냉 핀(34)이 자연 방랭하여 냉각 블록(32)을 냉각한다.
- [0091] 단, 냉각 블록(32)의 방열이 쫓아가지 못하는 경우에는, 또한 공냉 팬(36)을 부착하여 냉각 블록(32)을 강제 냉각하는 것이 바람직하다. 또한, 본 실시 형태에서는, 도 2, 도 6에 나타내는 바와 같이, 냉각 블록(32)의 하면에 공냉 핀(34)을 접속하고, 또한, 공냉 핀(34)의 하면에 공냉 팬(36)을 부착하고 있다.
- [0092] 또, 본 실시 형태에 있어서는, 가열노(10)가 가열노(가열실(12)) 내를 소정 온도로 가열하는 가열부 히터(14a)를 구비함과 함께, 가열부 히터(14a)와 별도로, 시료 홀더(20)가 시료를 가열하는 시료측 히터(27)를 구비하고 있다.
- [0093] 이것에 의해, 가열부 히터(14a)가 가열노(가열실(12)) 내의 분위기 전체를 소정 온도로 가열(보온)하므로, 가열실(12) 내의 시료의 온도가 변동하는 것을 방지한다. 또, 시료의 근방에 배치된 시료측 히터(27)가, 시료를 국소적으로 가열하여 시료 온도를 신속히 상승시킬 수 있다.
- [0094] 또한, 시료 온도를 신속히 상승시키는 관점에서는, 시료측 히터(27)는, 시료를 배치하는 부재(예를 들면, 시료 접시(28))의 근방에 위치되어 있으면 된다. 특히, 시료측 히터(27)가 시료 접시(28)의 바로 아래의 시료 홀더(20)에 내장되어 있으면 된다.
- [0095] 다음에, 도 8을 참조하여, 본 발명의 실시 형태에 관련된 발생 가스 분석 방법에 대해서 설명한다.
- [0096] 우선, 도 1~도 5에 나타난 발생 가스 분석 장치(200)를 이용하여, 상술한 배출 위치에서, 시료를 넣은 시료 접

시(28)를, 시료 홀더(20)(의 시료 유지부(24a)) 상에 올려놓는다(단계 S2).

- [0097] 다음에, 시료 홀더(20)를 측정 위치에 이동시켜 가열노(10) 내에 수용한다(단계 S4). 또한, 시료 홀더(20)를 시료측 히터(27)로 소정 온도로 가열한다(단계 S6). 또한, 시료 홀더(20)는 가열노(10)로부터의 가열로 대략적으로 가열되어, 시료 유지부(24a)의 바로 아래에 매설된 시료측 히터(27)에 의해 소정 온도까지 정확하게 가열된다.
- [0098] 이온원(50)은 가열에 의해 발생한 가스 성분을 이온화하고, 질량 분석계(110)는 이온화한 가스 성분을 분석한다(단계 S8).
- [0099] 분석이 종료되면, 시료측 히터(27)의 가열을 정지하고(단계 S10), 시료 홀더(20)를 배출 위치에 이동시켜 가열노(10)로부터 배출한다(단계 S12).
- [0100] 배출 위치에서, 시료 홀더(20)(접촉면(24f))가 냉각 블록(32)에 접촉하므로, 이 상태에서 시료 홀더(20)를 소정 온도까지 냉각한다(단계 S14).
- [0101] 냉각 후, 시료를 시료 접시(28)마다 시료 홀더(20)로부터 취출한다(단계 S16).
- [0102] 그리고, 분석 작업이 종료되면 처리를 종료하고(단계 S18에서 「Yes」), 단계 S18에서 「No」이면, 다른 시료로 분석을 계속하기 위해 단계 S2로 되돌아온다.
- [0103] 도 10에 나타내는 바와 같이 하여, 도 8의 플로우를 컴퓨터(210)로 자동적으로 행하는 것도 가능하다.
- [0104] 도 10는, 본 발명의 다른 실시 형태에 관련된 가스 발생부(100B)의 구성을 나타내는 사시도이다. 또한, 가스 발생부(100B)는, 가열노(10B)와, 시료 홀더(20B)와, 냉각부(30B)와, 스플리터(40B)와, 이온원(50B)과, 시료 홀더 이동부(70)와, 오토샘플러(80)를 가진다. 가열노(10B), 시료 홀더(20B), 스플리터(40B), 및 이온원(50B)은 도 2의 가스 발생부(100)와 동일하므로 설명을 생략한다. 또, 가스 발생부(100B)는, 발생 가스 분석 장치(도시하지 않음)의 가스 발생부 부착부(204B)에 부착되어 있다.
- [0105] 시료 홀더(20B)는, 가스 발생부 부착부(204B)의 내부 상면에 부착된 이동 레일(204L) 상을 이동하는 스테이지(22B)에 부착되어 있다. 이동 레일(204L)은 가열노(10B)의 축심(0)방향(도 10의 좌우 방향)으로 연장되며, 시료 홀더(20B)는 스테이지(22B)마다, 축심(0)방향으로 진퇴하게 되어 있다.
- [0106] 시료 홀더 이동부(70)는 볼나사로 축심(0)방향으로 구동하게 되어 있어, 스테핑 모터(72)와, 스테핑 모터(72)에 접속된 나사축(74)과, 나사축(74)에 나사 결합된 너트부(76)와, 너트부(76)에 부착된 센서판(78)을 구비한다.
- [0107] 그리고, 스테이지(22B)가 너트부(76)에 접속되고, 나사축(74)의 회전에 의해 너트부(76)가 축심(0)방향으로 구동함으로써, 스테이지(22B) 및 시료 홀더(20B)도 축심(0)방향으로 진퇴한다.
- [0108] 구체적으로는, 컴퓨터(210)의 시료 홀더 이동 제어부(218)(도 5 참조)로, 스테핑 모터(72)의 회전을 제어하여 시료 홀더(20B)를 이동시킴으로써, 단계 S6~S14를 자동화할 수 있다.
- [0109] 여기서, 너트부(76)에는 센서판(78)이 부착되어 있는 한편, 시료 홀더(20B)의 배출 위치 및 측정 위치(도 6 참조)에 근접하는 위치에는, 각각 광전식의 제1 센서(78a1), 제2 센서(78a2)가 설치되어 있다. 이것에 의해, 시료 홀더(20B)가 각각 배출 위치 및 측정 위치에 근접하면, 센서판(78)이 각각 제1 센서(78a1), 제2 센서(78a2)의 수광부를 차단하고, 너트부(76) 나아가서는 시료 홀더(20B)의 위치를 시료 홀더 이동 제어부(218)가 검지할 수 있다.
- [0110] 또한, 너트부(76)는 축심(0)에 평행한 축(77)에 축지되어, 축(77)을 따라 이동하게 되어 있다. 축(77)의 양단에는 각각 브래킷(76f1, 76f2)이 부착되고, 그리고, 브래킷(76f1)과 너트부(76)의 사이의 축(77)의 외주에는 제1 스프링부(76s1)가 부착되고, 브래킷(76f2)과 너트부(76)의 사이의 축(77)의 외주에는 제2 스프링부(76s2)가 부착되어 있다.
- [0111] 이것에 의해, 시료 홀더(20B)가 배출 위치에 근접했을 때에 제1 스프링부(76s1)가 압축되고, 그 반발력으로 시료 홀더(20B)를 냉각부(30B)에 누르는 방향(도 10의 오른쪽 방향)으로 탄성 가압한다. 제1 스프링부(76s1)가 없으면, 시료 홀더(20B)가 배출 위치에 근접하여 시료 홀더(20B)를 냉각부(30B)에 접촉시킬 때, 축심(0)방향으로 아무런 저항력이 없기 때문에 중점이 판별하기 어려워, 시료 홀더(20B)를 냉각부(30B)에 확실히 접촉시키는 것이 곤란한 경우가 있다.

- [0112] 그래서, 시료 홀더(20B)가 배출 위치에 근접했을 때에 제1 스프링부(76s1)가 축심(O)방향으로 저항력을 부여함으로써, 이 저항력에 반발하여 너트부(76) 나아가서는 시료 홀더(20B)를 강하게 냉각부(30B)측으로 가압하도록 스테핑 모터(72)의 회전을 제어할 수 있어, 시료 홀더(20B)를 냉각부(30B)에 확실히 접촉시킬 수 있다.
- [0113] 제2 스프링부(76s2)도 마찬가지로, 시료 홀더(20B)가 측정 위치에 근접했을 때에 압축되고, 그 반발력으로 시료 홀더(20B)를 가열노(10B)에 누르는 방향(도 10의 왼쪽 방향)으로 탄성 가압한다. 이것에 의해, 시료 홀더(20B)가 측정 위치에 근접했을 때에 제2 스프링부(76s2)가 축심(O)방향으로 저항력을 부여함으로써, 이 저항력에 반발하여 너트부(76) 나아가서는 시료 홀더(20B)를 강하게 가열노(10B)측으로 가압하도록 스테핑 모터(72)의 회전을 제어할 수 있어, 시료 홀더(20B)를 측정 위치에 확실히 배치할 수 있다.
- [0114] 또, 도 10의 오토샘플러(80)에 의해, 시료 홀더(20B)에 외부로부터 시료를 자동적으로 출납함으로써, 단계 S2~S18을 자동화할 수 있다.
- [0115] 오토샘플러(80)는, 베이스(82), 베이스(82) 상에 배치된 원반 형상의 시료 랙(84), 베이스(82)에 부착되어 베이스(82)에 대해 상하(Z축) 및 좌우(X축)로 이동하는 아암(86), 아암에 부착된 그립퍼 기부(88), 및 그립퍼 기부(88)로부터 하방으로 연장되는 1쌍의 그립퍼(88G)(협지부)를 가진다.
- [0116] 시료 랙(84)에는 다수의 시료 접시(28)가 배치되고, 그립퍼(88G)에 의한 시료 접시(28)의 픽업 위치로 시료 랙(84)이 순차 회전하고 있다. 그리고, 그립퍼(88G)는 시료 접시(28)를 사이에 끼우고 아암(86)과 함께 이동 가능하다.
- [0117] 구체적으로는, 컴퓨터(210)의 오토샘플러 제어부(219)(도 5 참조)로, 아암(86), 그립퍼(88G)를 제어하여, 배출 위치의 시료 홀더(20B)로부터 측정 완료된 시료 접시(28)를 제거하고, 시료 랙(84)으로부터 다음에 측정할 시료 접시(28)를 그립퍼(88G)로 시료 홀더(20B)에 재치하여, 측정을 연속해서 자동화할 수 있다.
- [0118] 또한, 도 10의 예에서는, 냉각 블록(32B)의 바닥부에 공냉 핀(34B)이 접속됨과 함께, 냉각 블록(32B)의 대향하는 양측면(축심(O)방향과 교차하는 측면)에도 공냉 핀(32F)이 접속되어 있다. 또, 공냉 팬(36B)은 냉각 블록(32B)의 바닥부에 접속된 공냉 핀(34B)의 하방에 배치되어 있다.
- [0119] 한편, 팬 덕트(36D)는, 공냉 팬(36B)으로부터 냉각 블록(32B)의 측면에 접속된 공냉 핀(32F)의 외측을 향해 연장되어 있다.
- [0120] 이것에 의해, 냉각 블록(32B)이 바닥부와 측면의 각 공냉 핀(34B, 32F)에 의해 확실히 냉각됨과 함께, 팬 덕트(36D)가 공냉 팬(36B)으로부터의 냉각풍을 공냉 핀(32F)으로 유도하는 도풍관을 이루므로, 냉각 블록(32B)이 보다 한층 냉각된다.
- [0121] 또한, 발생 가스 분석 장치 중, 가스 성분(G), 캐리어 가스(C) 또는 혼합 가스(M)가 흐르는 부위의 기밀성을 높이는 관점으로부터, 이들 부위 중 금속과 금속이 접촉하는 부분을 카본 시트로 시일하면 바람직하다. 이러한 부위로서는, 캐리어 가스 보호관(18)과 캐리어 가스 유로(18f)의 접촉 부분을 들 수 있다.
- [0122] 본 발명은 상기 실시 형태에 한정되지 않고, 본 발명의 사상과 범위에 포함되는 다양한 변형 및 균등물에 이르는 것은 말할 필요도 없다.
- [0123] 측정 대상으로서는, 프탈산에스테르 외에, 유럽 특정 유해 물질 규제(RoHS)에서 규제되는 휘화물 난연제(폴리브롬화비페닐(PBB), 폴리브롬화디페닐에테르(PBDE))를 예시할 수 있지만, 이들에 한정되지 않는다.
- [0124] 시료 홀더를 이동 가능하게 지지하는 시료 홀더 지지부도, 상술한 레일 외에, 아암 등이어도 된다.
- [0125] 가열노, 시료 홀더, 냉각부의 구성, 형상, 배치 상태 등은 상기한 예에 한정되지 않는다. 또, 검출 수단도 질량 분석계에 한정되지 않는다.
- [0126] 또, 시료 홀더가 냉각부에 직접 접촉하는 경우에 한정되지 않고, 시료 홀더와 열적으로 접속되는 별도의 부재를 설치하고, 이 별도의 부재가 냉각부에 직접 접촉하도록(즉, 시료 홀더가 냉각부에 간접적으로 접촉한다) 해도 된다.

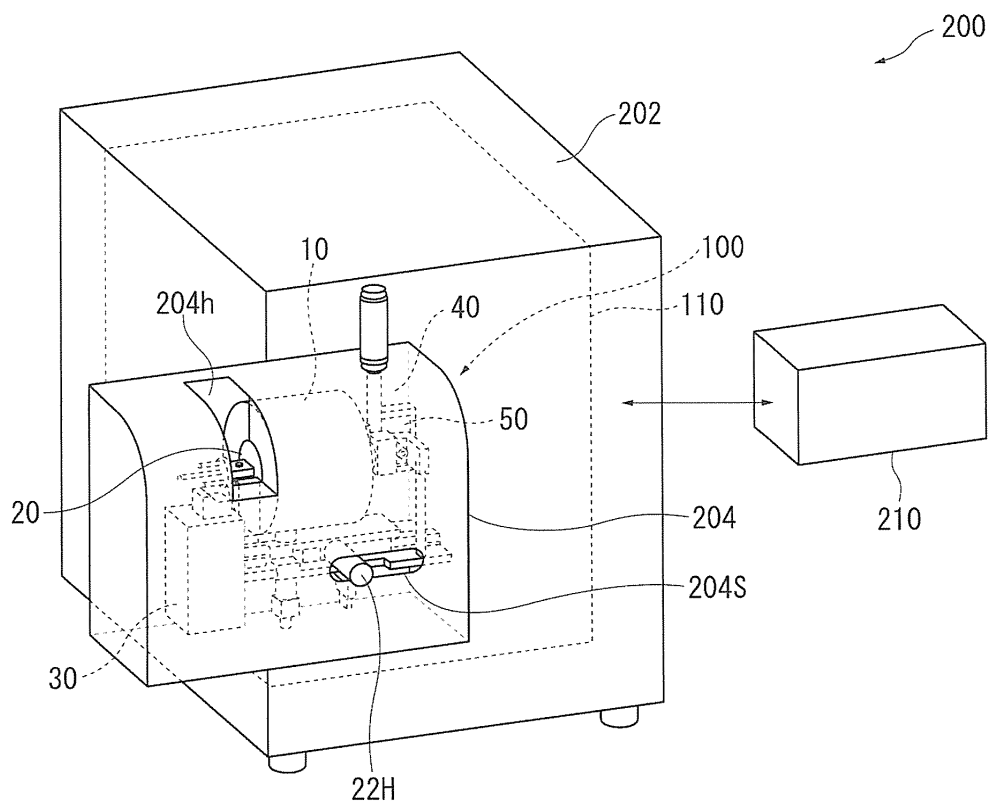
부호의 설명

- [0127] 10: 가열부(가열노) 14a: 가열부 히터
14s: 가열부의 내벽 14r: 오목부

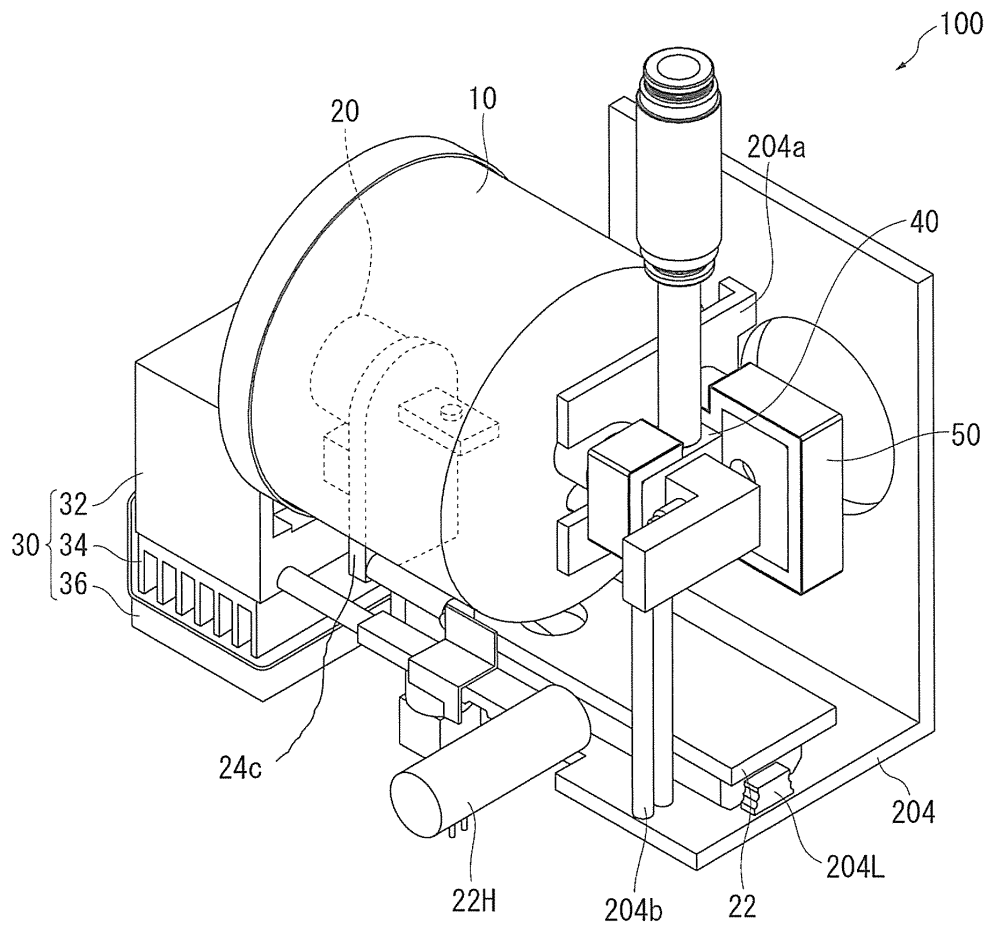
| | |
|--------------------|--------------------|
| 14r1: 제1 오목부 | 14r2: 제2 오목부 |
| 20: 시료 홀더 | 27: 시료측 히터 |
| 30, 30B: 냉각부 | 32, 32B: 냉각 블록 |
| 32r: 접촉부(오목부) | 32p: 돌출부 |
| 32F, 34, 34B: 공냉 핀 | 36, 36B: 공냉 팬 |
| 36D: 팬 덕트 | 70: 시료 홀더 이동부 |
| 76s1: 제1 스프링부 | 76s2: 제2 스프링부 |
| 80: 오토샘플러 | 110: 검출 수단(질량 분석계) |
| 200: 발생 가스 분석 장치 | 204L: 시료 홀더 지지부 |
| S: 시료 | G: 가스 성분 |
| P: 접점 | N: 내벽의 법선 |

도면

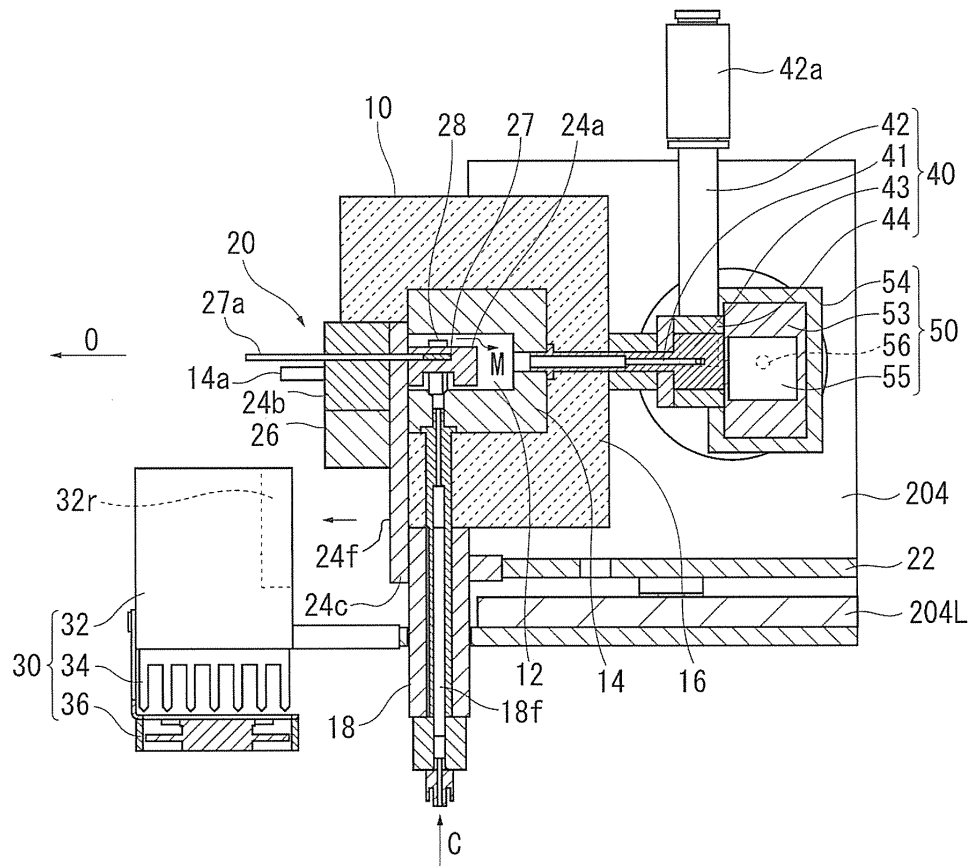
도면1



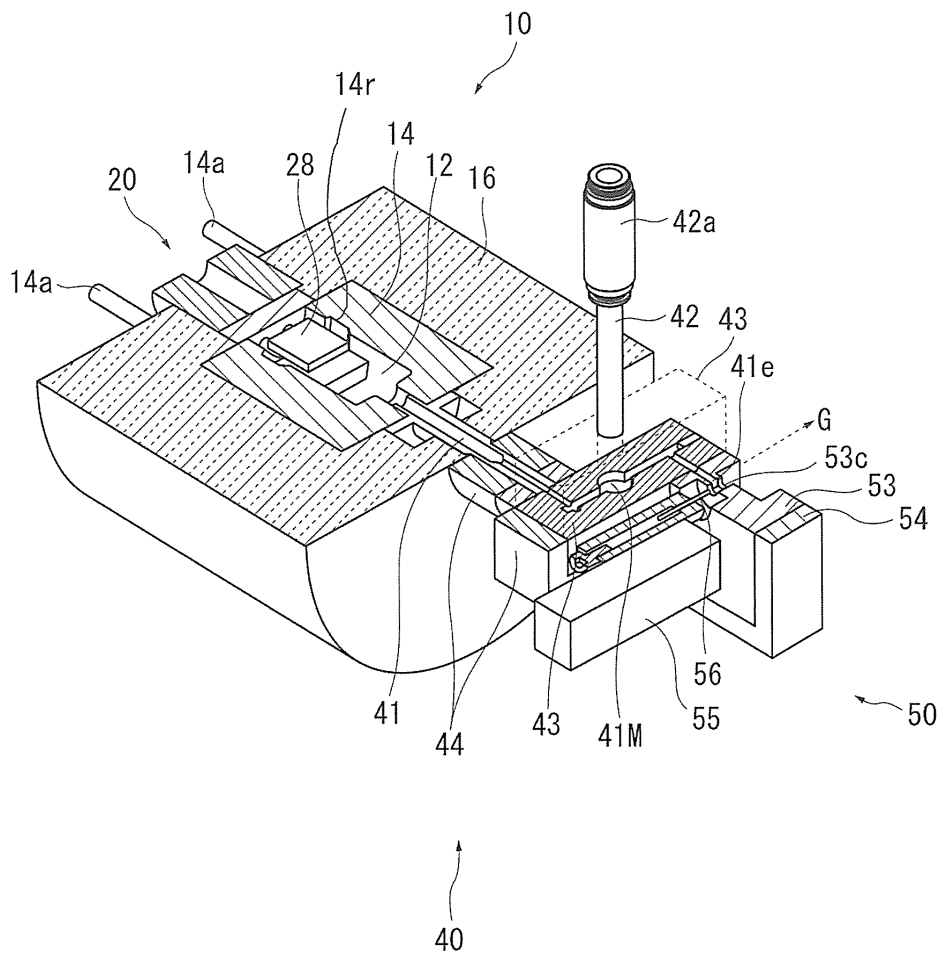
도면2



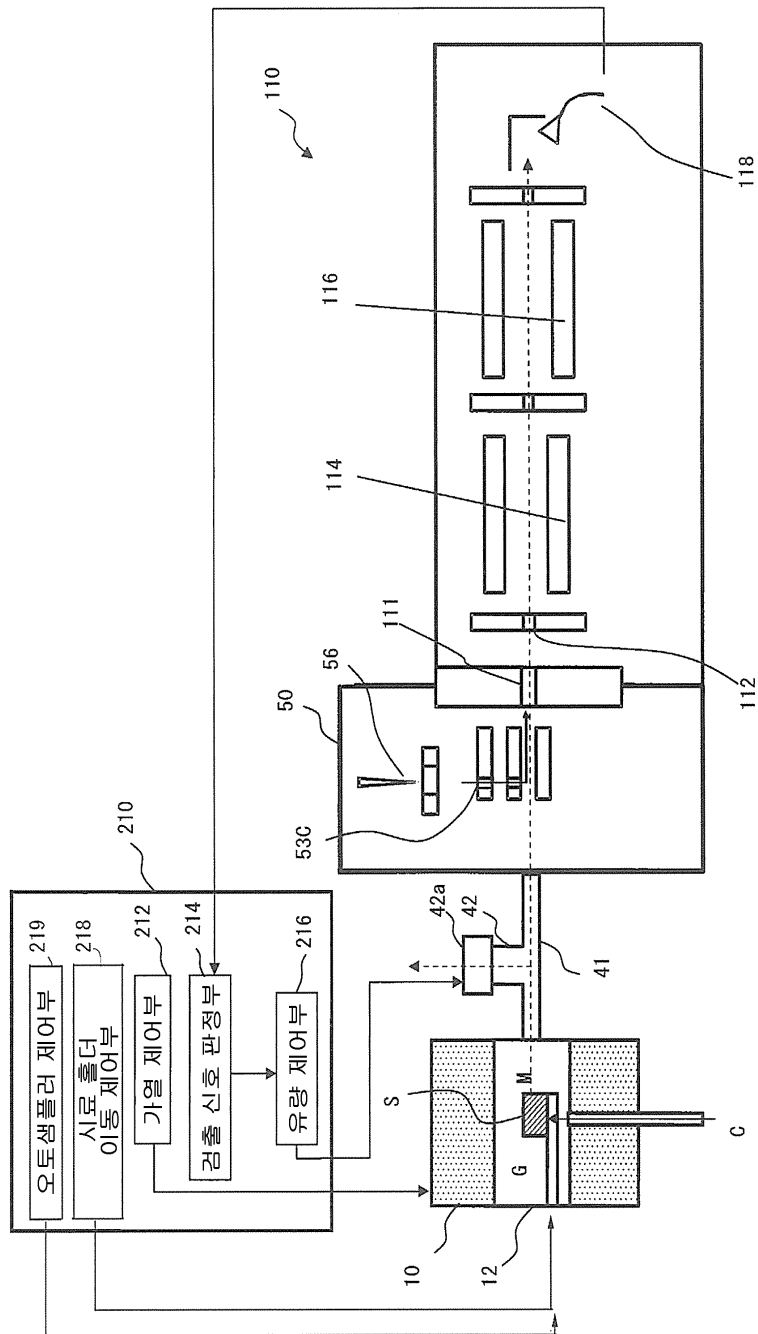
도면3



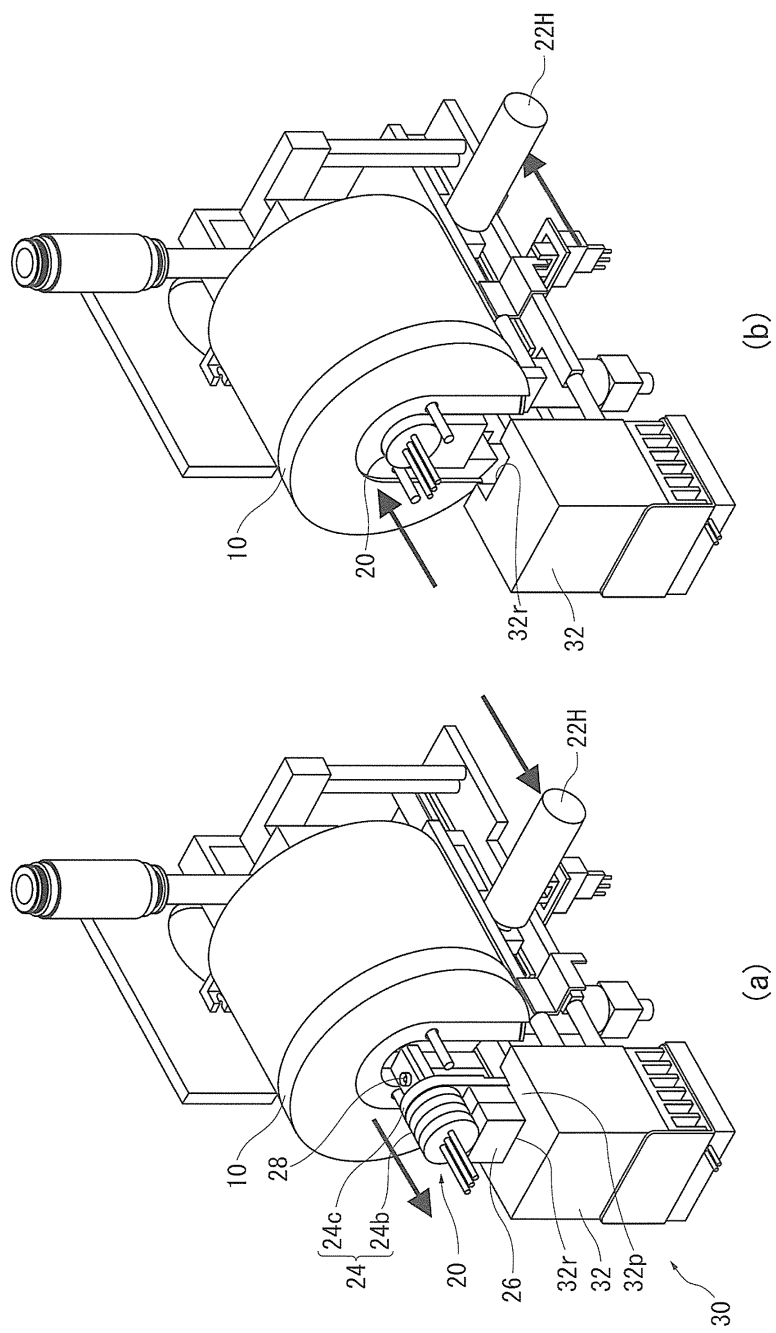
도면4



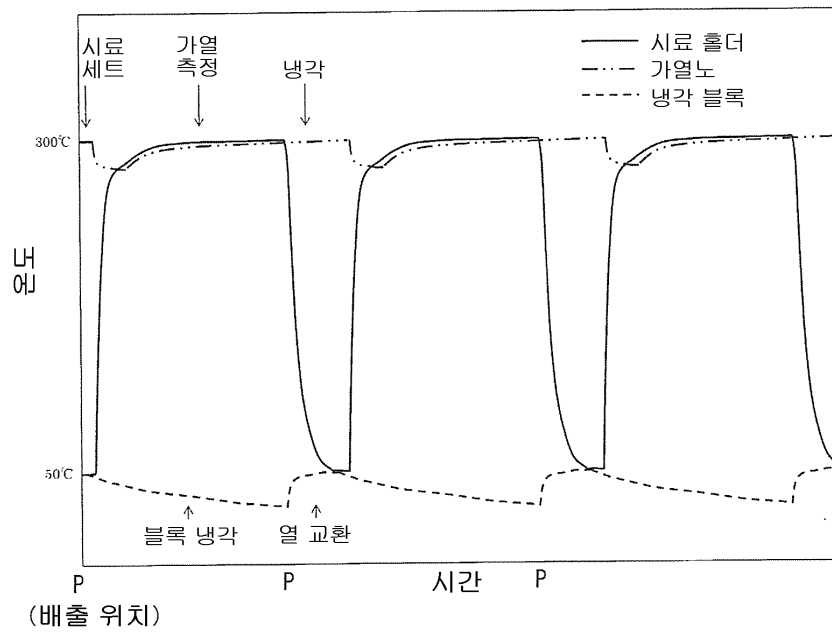
도면5



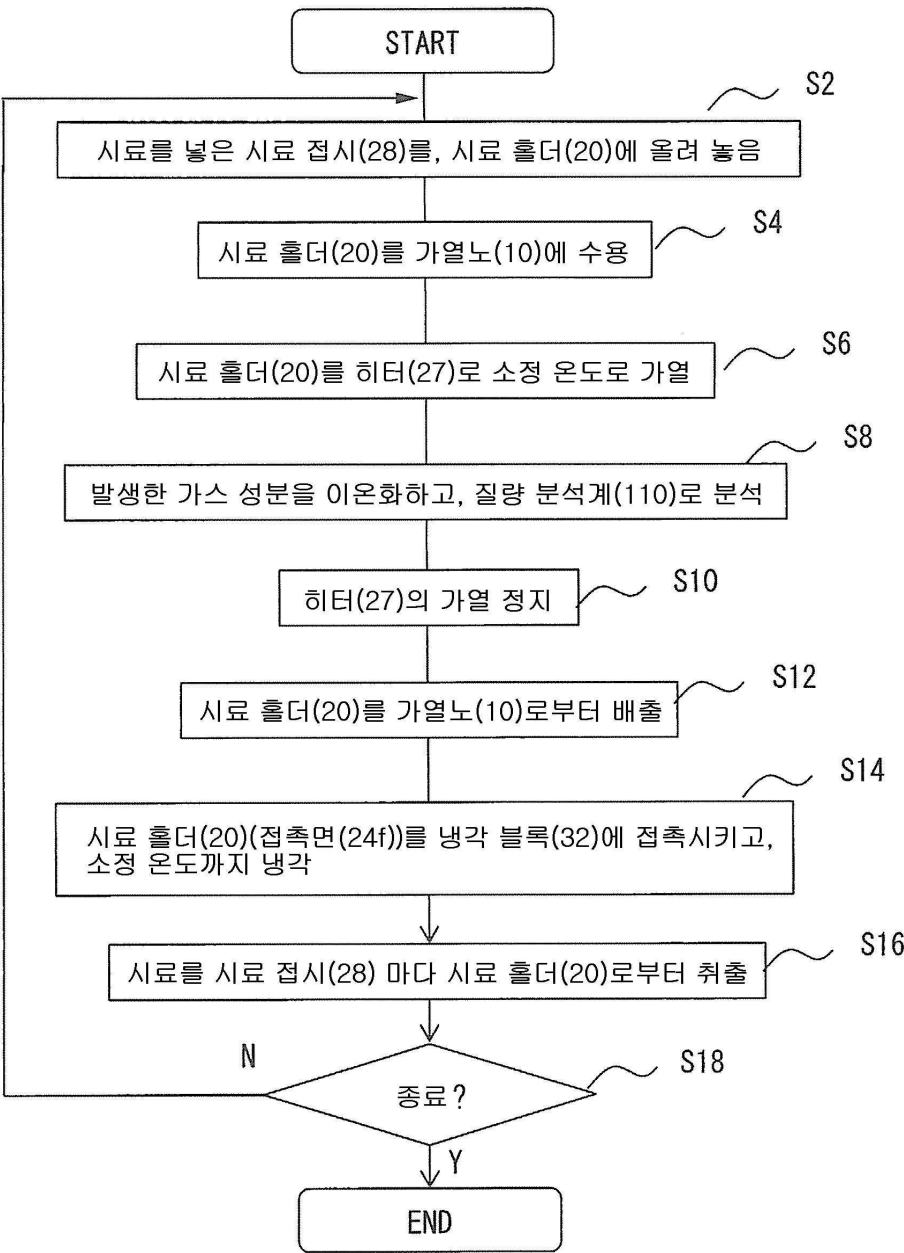
도면6



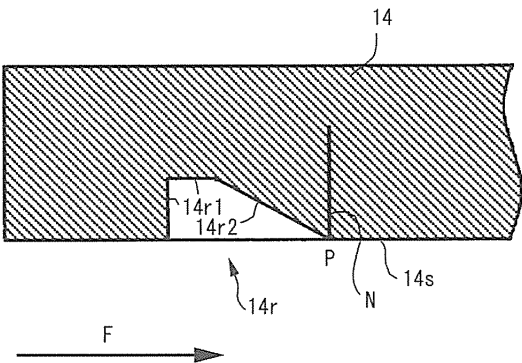
도면7



도면8



도면9



도면10

